



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

---

РЕАКТИВЫ

# АММОНИЙ ХРОМОВОКИСЛЫЙ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 3774—76

Издание официальное

НИФТР и СТ ЦСМ при МЭиФ КР  
**РАБОЧИЙ**  
**ЭКЗЕМПЛЯР**

БЗ 12—97

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## Реактивы

## АММОНИЙ ХРОМОВОКИСЛЫЙ

## Технические условия

ГОСТ  
3774—76Reagents. Ammonium chromate.  
Specifications

ОКП 26 2116 0950 06

Дата введения 01.01.77

Настоящий стандарт распространяется на хромовокислый аммоний, который представляет собой золотисто-желтые игольчатые кристаллы, растворимые в воде.

Формула:  $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$ .

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 1985 г.) — 152,07.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Хромовокислый аммоний должен быть изготовлен в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям хромовокислый аммоний должен соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Наименование показателя	Норма	
	Чистый для анализа (ч. д. а.) ОКП 26 2116 0952 04	Чистый (ч.) ОКП 26 2116 0951 05
1. Массовая доля хромовокислого аммония $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$ , %, не менее	99,5	99,5
2. Массовая доля нерастворимых в воде веществ, %, не более	0,003	0,005
3. Массовая доля хлоридов (Cl), %, не более	0,001	0,002
4. Массовая доля сульфатов ( $\text{SO}_4$ ), %, не более	0,005	0,05
5. Массовая доля калия и натрия (K+Na), %, не более	0,1	0,2
6. Массовая доля железа (Fe), %, не более	0,003	0,005
7. Массовая доля кальция (Ca), %, не более	0,002	0,005
8. Массовая доля алюминия (Al), %, не более	0,003	Не нормируется
9. pH раствора препарата с массовой долей 5 %	7,0—8,0	Не нормируется

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1976

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Правила приемки — по ГОСТ 3885.

2.2. Массовую долю алюминия, железа и кальция изготовитель определяет периодически в каждой 15-й партии.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025.

При взвешивании используют лабораторные весы типов ВЛР-200г и ВЛКТ-500г-М или ВЛЭ-200г.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

3.1. Пробы отбирают по ГОСТ 3885. Масса средней пробы должна быть не менее 220 г.

3.2. Определение массовой доли хромовокислого аммония

3.2.1. *Аппаратура, реактивы и растворы*

Бюретка вместимостью 50 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,1 см<sup>3</sup>.

Колба Кн-1—500—29/32 (34/35) ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2—250—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 10 и 25 см<sup>3</sup>.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (3)—50 (100, 250) по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 20 %, свежеприготовленный.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 20 %; готовят по ГОСТ 4517.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4517.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор концентрации  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2.

3.2.2. *Проведение анализа*

Около 2,0000 г препарата помещают в мерную колбу, растворяют в воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают. 25 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают пипеткой в коническую колбу, прибавляют 25 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> раствора йодистого калия, 20 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, колбу закрывают шлифованной пробкой, выдерживают в темноте в течение 10 мин, затем прибавляют 200 см<sup>3</sup> воды, обмывая пробку и стенки колбы. Выделившийся йод титруют из бюретки раствором 5-водного серноватистокислого натрия до перехода окраски раствора в желтую, затем прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала и продолжают титровать при тщательном перемешивании до перехода синей окраски раствора в светло-зеленую.

Одновременно проводят контрольный опыт с теми же количествами реактивов и в тех же условиях.

3.1а—3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хромовокислого аммония ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot 0,005070 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot 25},$$

где  $V$  — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески препарата, г;

0,005070 — масса хромовокислого аммония, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора 5-водного серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,25 %.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа  $\pm 0,5$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

3.3. Определение массовой доли нерастворимых в воде веществ

3.3.1. *Реактивы и аппаратура*

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Стакан В (Н)-1—400 (600) ТХС по ГОСТ 25336.

Тигель типа ТФ с фильтром класса ПОР 10 или ПОР 16 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 (2)—250 или мензурка 250 по ГОСТ 1770.

3.3.2. *Проведение анализа*

50,00 г препарата помещают в стакан и растворяют в 200 см<sup>3</sup> воды. Стакан накрывают часовым стеклом и через 1 ч раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный.

Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Остаток на фильтре промывают 100 см<sup>3</sup> горячей воды и сушат в сушильном шкафу при 105—110 °С до постоянной массы.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если масса остатка после высушивания не будет превышать:

для препарата чистый для анализа — 1,5 мг,

для препарата чистый — 2,5 мг.

Допускаемая относительная суммарная погрешность результата анализа для препарата чистый для анализа  $\pm 30$  % и для препарата чистый  $\pm 25$  % при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

3.4. Определение массовой доли хлоридов проводят по ГОСТ 10671.7 визуально-нефелометрическим методом (способ 2). При этом 1,00 г препарата помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> (с меткой на 40 см<sup>3</sup>) и растворяют в 30 см<sup>3</sup> воды. Далее определение проводят по ГОСТ 10671.7.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если опалесценция анализируемого раствора не будет интенсивнее опалесценции раствора, приготовленного одновременно с анализируемым и содержащего в таком же объеме:

1,00 г хромовокислого аммония, не содержащего хлоридов,

для препарата чистый для анализа — 0,010 мг Cl,

для препарата чистый — 0,020 мг Cl,

2 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты и 1,0 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого серебра.

Хромовокислый аммоний, не содержащий хлоридов, отбирают выборочно от партии выпускаемой продукции.

3.3—3.3.2, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5. Определение массовой доли сульфатов проводят по ГОСТ 10671.5 фототурбидиметрическим или визуально-нефелометрическим (способ 1) методом. При этом 0,40 г препарата чистый для анализа или 0,20 г препарата чистый помещают в делительную воронку вместимостью 50 см<sup>3</sup> (ГОСТ 25336), растворяют в 5 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 5 см<sup>3</sup> соляной кислоты (ГОСТ 3118), 10 см<sup>3</sup> трибутилфосфата и взбалтывают.

После расслаивания смеси водный слой переносят в другую такую же делительную воронку, прибавляют 5 см<sup>3</sup> этилового эфира для наркоза и встряхивают. После расслаивания водный слой переносят в выпарительную чашку 1 (2) (ГОСТ 9147) и выпаривают на водяной бане почти досуха (до влажных солей).

Остаток растворяют в 10 см<sup>3</sup> воды, переносят количественно в коническую колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> (с меткой на 25 см<sup>3</sup>) и, если раствор мутный, его фильтруют через трижды промытый горячей водой обеззоленный фильтр «синяя лента». Затем прибавляют 1—2 капли раствора *n*-нитрофенола с массовой долей 0,2 % (готовят по ГОСТ 4919.1) и прибавляют по каплям раствор аммиака